

⑤ Int. Cl.⁹G 03 G 5/06
C 09 B 23/00

識別記号

3 1 3

J
E

庁内整理番号

6906-2H
7537-4H
7537-4H※

⑬ 公開 平成3年(1991)11月12日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 14 頁)

⑭ 発明の名称 機能分離型感光体

⑰ 特 願 平2-53120

⑱ 出 願 平2(1990)3月5日

⑲ 発 明 者 植 田 秀 昭 大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号 大阪国際ビル
ミノルタカメラ株式会社内

⑲ 発 明 者 伊 藤 公 幸 大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号 大阪国際ビル
ミノルタカメラ株式会社内

⑲ 発 明 者 坂 本 光 俊 大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号 大阪国際ビル
ミノルタカメラ株式会社内

⑲ 出 願 人 ミノルタカメラ株式会 大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号 大阪国際ビル
社

⑲ 代 理 人 弁理士 青 山 葆 外1名
最終頁に続く

明 細 書

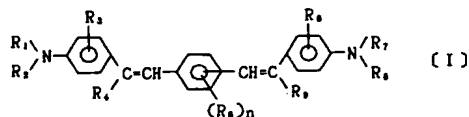
1. 発明の名称

機能分離型感光体

2. 特許請求の範囲

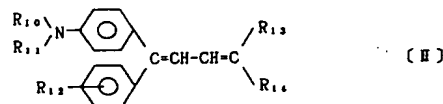
1. 導電性基体上に電荷発生層と電荷輸送層を設けた機能分離型感光体において、電荷輸送層が下記一般式[I]で表されるジステリル化合物と、下記一般式[II]で表されるプタジェン化合物とを含有することを特徴とする機能分離型感光体；

一般式[I]；



[式中、R₁、R₂、R₄、R₇、R₈およびR₉は独立してそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基；R₃、R₆、R₁₀は水素、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表わす；nは1～3の数字を表わす]

一般式[II]；



[式中、R₁₂およびR₁₃は、それぞれアルキル基；R₁₄は水素、アルキル基、アルコキシ基、ジベンジルアミノ基またはジアリールアミノ基を表わす；R₁₅はそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基を表わす；R₁₆は置換基を有してもよいアリール基を表わす。]

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は感光体、特に電荷発生層と電荷輸送層とを積層した機能分離型感光体に関する。

従来技術

感光体の感光層を構成する材料として、従来よりセレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛等の無機光導電性材料が知られている。

これらの光導電性材料は数多くの利点、例えば暗所で適当な電位に帯電できること、暗所で電荷の放逸が少なく、あるいは光照射によって速やかに電荷を放逸できることなどの利点をもっている反面、各組の欠点をもっている。例えば、セレン系感光体では、製造する条件がむづかしく、製造コストが高く、また熱や機械的な衝撃に弱いので取り扱いに注意を要する。硫化カドミウム系感光体や酸化亜鉛感光体では、多湿の環境下で安定した感度が得られない点や、増感剤として添加した色素がコロナ帯電による帯電劣化や露光による光退色を生じるため、長期にわたって安定した特性を与えることができない欠点を有している。

一方、ポリビニルカルバゾールをはじめとする各組の有機光導電性ポリマーが提案されてきたが、これらのポリマーは、前述の無機系光導電材料に比べ、成膜性、堅固性などの点で優れているが、未だ十分な感度、耐久性および環境変化による安定性の点で無機系光導電材料に比べ劣っている。

近年、これらの感光体の欠点や問題を解決する

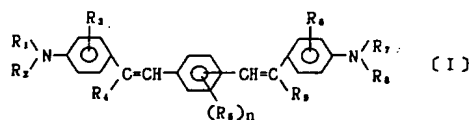
ため、種々の研究開発が行われているが、光導電性機能の電荷発生機能と電荷輸送機能とをそれぞれ別個の物質に分担させるように複層型あるいは分散型の機能分離型の感光体が提案されている。このような機能分離型感光体は、各々の物質の選択範囲が広く、帯電特性、感度、残留電位、繰り返し特性、耐刷性等の電子写真特性において、最良の物質を組み合わせることにより高性能な感光体を提供することができる。また、鹽工で生産できるため、極めて生産性が高く、安価な感光体を提供でき、しかも電荷発生材料を適当に選択することにより感光波長域を自在にコントロールすることができる。例えば電荷発生材料としては、フクロシアニン染料、シアニン染料、多環キノロン染料、ペリレン系染料、インジゴ染料、チオインジゴ染料あるいはスクエアリック酸メチン染料などの有機染料や染料が知られている。

また、電荷輸送材料としては、トリフェニルアミン、ピラゾリン、スチルベン、ヒドラゾン、オキサジアゾール、オキサトリアゾール、テトラフェ

-3-

ニルブタジエン等並びにこれらの誘導体等が知られている。

これらの中でも下記一般式〔I〕；



〔式中、R₁、R₂、R₃、R₄、R₇、R₈およびR₉は独立してそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基；R₅、R₆またはR₉はそれぞれ独立して、水素、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表わす；nは1～3の数字を表わす。〕

で表わされるジスチリル化合物が電荷輸送材料として特開昭63-269158号公報に開示されている。

しかし、上記一般式〔I〕で示されるジスチリル化合物(以下ジスチリル化合物〔I〕と呼ぶ)を含む電荷輸送層を有する感光体は単独で用いた場合には、繰り返し使用していると表面電位の低下が生

-5-

じ、それに伴い感度が変化する等の問題がある。

また、ジスチリル化合物〔I〕は電荷輸送材料用溶媒への溶解性が不十分になることがあり、かかる場合、感光体を製造する上で問題となる。

発明が解決しようとする課題

本発明は以上の事情に鑑みて成されたものであり、その目的とするところは、ジスチリル化合物〔I〕を使用した機能分離型感光体において、その感光体が本来有する電子写真特性を阻害することなく、繰り返し使用時発生する表面電位の低下それに伴う感度等の変化を有効に防止した感光体を提供することにある。

課題を解決するための手段

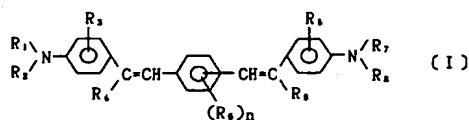
本発明の目的は、電荷輸送材料として、ジスチリル化合物〔I〕を特定のブタジエン化合物と組み合わせる使用することにより達成される。

すなわち、本発明は導電性基体上に電荷発生層と電荷輸送層を設けた機能分離型感光体において、電荷輸送層が下記一般式〔I〕で表されるジスチリ

-6-

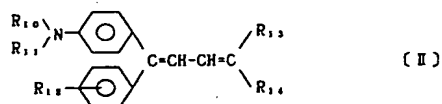
ル化合物と、下記一般式〔Ⅱ〕で表されるブタジエン化合物とを含有することを特徴とする炭素分極型感光体に関する；

一般式〔Ⅰ〕；



〔式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 は独立してそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基； R_7 、 R_8 、 R_9 は水素、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表わす； n は1～3の数字を表わす〕

一般式〔Ⅱ〕；



〔式中、 R_{10} および R_{11} は、それぞれアルキル

基； R_{12} は水素、アルキル基、アルコキシ基、ジベンジルアミノ基またはジアリールアミノ基を表わす； R_{13} はそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基を表わす； R_{14} は置換基を有してもよいアリール基を表わす。〕

ジスチリル化合物〔Ⅰ〕とブタジエン化合物〔Ⅱ〕とを組み合わせて電荷輸送層に使用することにより、ジスチリル化合物〔Ⅰ〕の使用だけでは生じる繰り返し使用時での電荷保持能の低下を有効に防止することができる。

さらに、驚くべきことには、ジスチリル化合物〔Ⅰ〕をブタジエン化合物〔Ⅱ〕と組み合わせて形成した感光体は、ジスチリル化合物〔Ⅰ〕のみ、あるいはブタジエン化合物〔Ⅱ〕のみで形成した感光体の有する感度より極めてよい。

ジスチリル化合物〔Ⅰ〕において、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 はそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基を表わす。これらの基の中で特に

-7-

好ましいものは、メチル基、エチル基、フェニル基またはチオフェニル基等である。

置換基としてはアルキル基またはアルコキシ基等を挙げることができる。好ましい置換基はメチル基、エチル基、メトキシ基またはエトキシ基等である。

R_7 、 R_8 および R_9 は、それぞれ水素原子、アルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子を表わす。アルキル基は炭素数1～5の低級アルキル基、特にメチル基またはエチル基が好ましい。アルコキシ基は炭素数1～5の低級アルコキシ基、特にメトキシ基、エトキシ基が好ましい。

n は1～3の数字を表わす。

ブタジエン化合物〔Ⅱ〕における R_{10} および R_{11} は、それぞれ炭素数1～5のアルキル基、特にメチル基、エチル基またはプロピル基が好ましい。

R_{12} はアルキル基、アラルキル基、アリール基または複素環式基を表わす。特にメチル基、フェニル基またはチオフェニル基が好ましい。これらの基は置換基を有していてもよく、かかる置換基

-9-

-8-

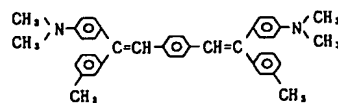
としては、アルキル基またはアルコキシ基、特にメチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基が好ましい。

R_{13} は、水素、アルキル基、アルコキシ基、ジベンジルアミノ基またはジアリールアミノ基を表わし、特に水素、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基が好ましい。

R_{14} は置換基を有してもよいアリール基を表し、フェニル基、メチル基またはエチル基等の低級アルキル基を有するフェニル基、メトキシ基またはエトキシ基等の低級アルコキシ基を有するフェニル基等が好ましい。

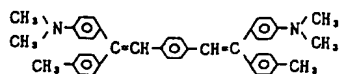
好ましいジスチリル化合物〔Ⅰ〕の具体例としては、

〔Ⅰ〕

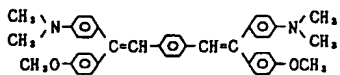


-10-

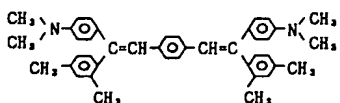
[2]



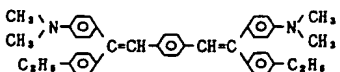
[3]



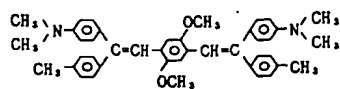
[4]



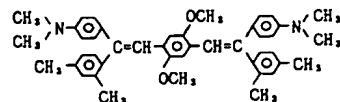
[5]



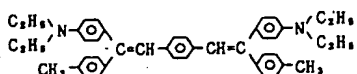
[6]



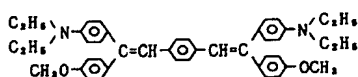
[7]



[8]

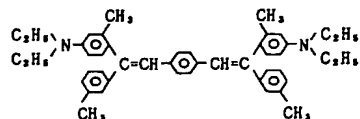


[9]

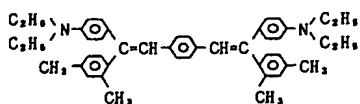


- 11 -

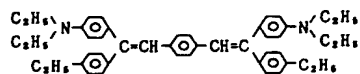
[1 0]



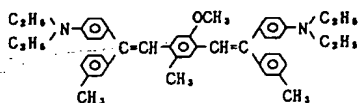
[1 1]



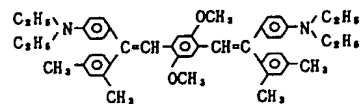
[1 2]



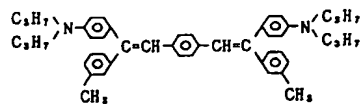
[1 3]



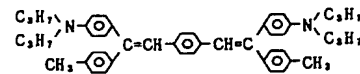
[1 4]



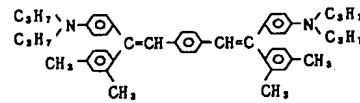
[1 5]



[1 6]



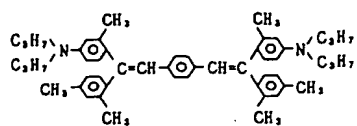
[1 7]



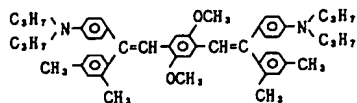
- 13 -

- 14 -

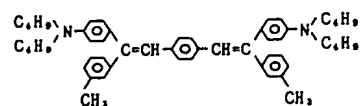
[1 8]



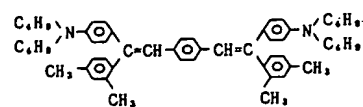
[1 9]



[2 0]

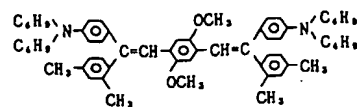


[2 1]

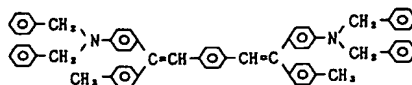


- 15 -

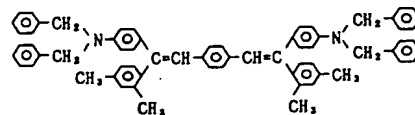
[2 2]



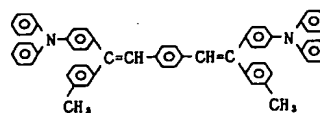
[2 3]



[2 4]

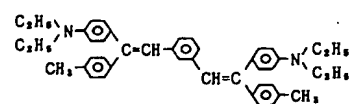


[2 5]

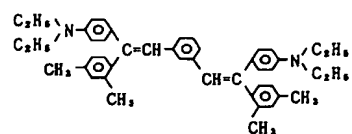


- 16 -

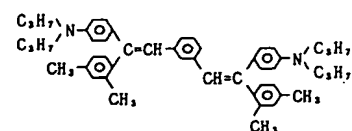
[2 6]



[2 7]

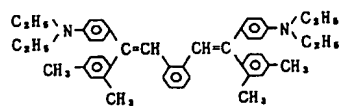


[2 8]

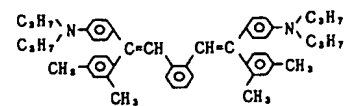


- 17 -

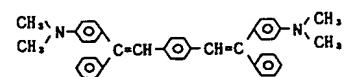
[2 9]



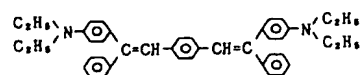
[3 0]



[3 1]

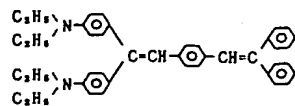


[3 2]

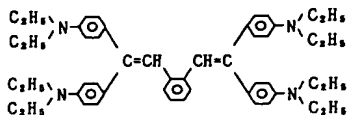


- 18 -

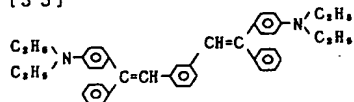
[33]



[34]



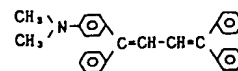
[35]



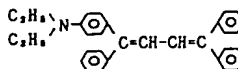
などが挙げられるがこれらに限定されるものではない。

好ましいブタジエン化合物[II]の具体例としては、

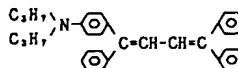
[36]



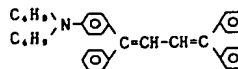
[37]



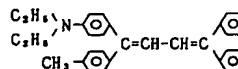
[38]



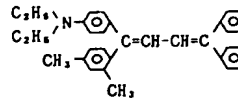
[39]



[40]

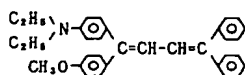


[41]

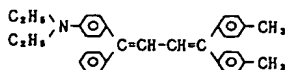


- 19 -

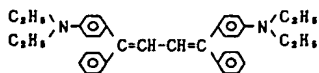
[42]



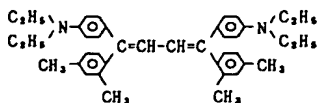
[43]



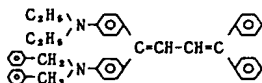
[44]



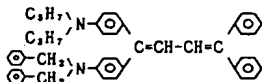
[45]



[46]



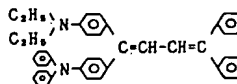
[47]



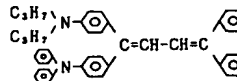
- 21 -

- 20 -

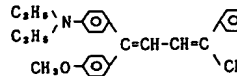
[48]



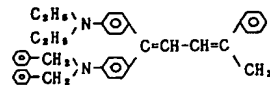
[49]



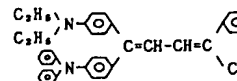
[50]



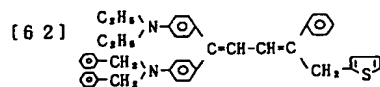
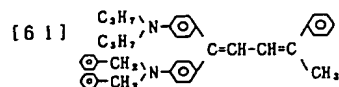
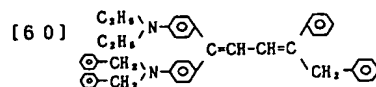
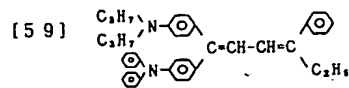
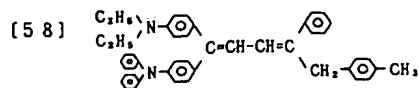
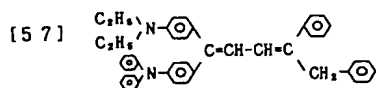
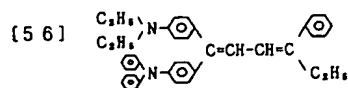
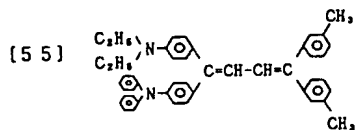
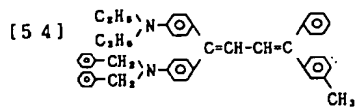
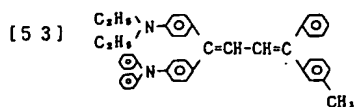
[51]



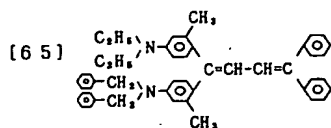
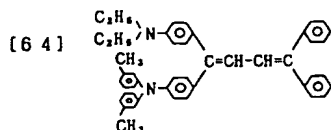
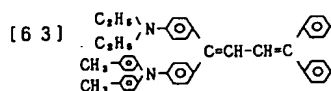
[52]



- 22 -



- 23 -



などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

本発明のジスチリル化合物〔Ⅰ〕とブタジエン化合物〔Ⅱ〕は、導電性基体上に少なくとも電荷発生層および電荷輸送層からなる感光体の電荷輸送層に適用する。

電荷輸送層は、ジスチリル化合物〔Ⅰ〕とブタジエン化合物〔Ⅱ〕を結着樹脂に分散させて形成すればよく特に限定されるものではない。

ジスチリル化合物〔Ⅰ〕およびブタジエン化合物〔Ⅱ〕の添加量は結着樹脂 100 重量部に対し、100～200 重量部、好ましくは 200～150 重量部とするのが好適である。100 重量部より少ないと感度が低下し、200 重量部より多いと繰返し特性の悪化や塗膜の欠損を招くことがある。

ブタジエン化合物〔Ⅱ〕とジスチリル化合物〔Ⅰ〕との含有割合は、重量部の比で表して、5/95～95/5、好ましくは 20/80～80/20 である。

ブタジエン化合物〔Ⅱ〕の添加割合が 5/95 より小さいと、繰返し時での電荷保持能の低下を効果的に防止することができず、95/5 よりも大きいと、感度が悪くなる。

電荷輸送層の結着樹脂としては、飽和ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合体、イオン架橋オレフィ

- 25 -

- 26 -

ン共重合体(アイオノマー)、スチレン-ブタジエンブロック共重合体、ポリカーボネート、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、セルロースエステル、ポリイミド等の熱可塑性樹脂；エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、シリコン樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、キシレン樹脂、アルキッド樹脂、熱硬化性アクリル樹脂等の熱硬化性樹脂；光硬化性樹脂；ポリN-ビニルカルバゾール、ポリビニルピレン、ポリビニルアントラセン等の光導電性樹脂等が挙げられる。

これら電気絶縁性樹脂は単独で測定して、 $1 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の体積抵抗を有することが望ましい。

電荷輸送層は、公知の方法で形成すればよく、例えば上記ジスチリル化合物 [I]、ブタジエン化合物 [II] および結着樹脂等を適当な溶剤に溶解あるいは分散した塗布液を塗布、乾燥することにより形成される。その際、膜厚は $5 \sim 50 \mu\text{m}$ 、好ましくは $7 \sim 30 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $10 \sim 20 \mu\text{m}$ に形成する。 $50 \mu\text{m}$ より厚いと電荷輸送

層に吸収される光量が大きくなり感度低下を起こし、 $5 \mu\text{m}$ より薄いと充分な帯電電位が得られない。

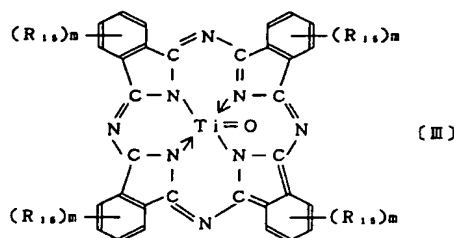
本発明の感光体の電荷発生層は、例えば電荷発生材料を真空蒸着するか、適当な溶剤もしくは必要があれば、結着樹脂を溶解させた溶液中に分散させて作製した塗布液を塗布、乾燥して得られるが、かかる方法に限定されるものでなく、公知の種々の方法で形成すればよい。

電荷発生層に使用可能な電荷発生材料としては、ビスアゾ系染料、トリアリールメタン系染料、チアジン系染料、オキサジン系染料、キサンテン系染料、シアニン系色素、スチリル系色素、ビリリウム系染料、アゾ系染料、キナクリド系染料、インジゴ系染料、ペリレン系染料、多環キノ系染料、ビスベンズイミダゾール系染料、インダスロン系染料、スクアリウム塩系染料、アズレン系色素、フタロシアニン系染料等の有機物質や、セレン、セレン・テルル、セレン・碲素などのセレン合金、硫化カドミウム、セレン化カドミウム、酸

-27-

化亜鉛、アモルファスシリコン等の無機物質が挙げられる。これ以外でも、光を吸収し極めて高い確率で電荷担体を発生する材料であれば、いずれの材料であっても使用することができる。

上記電荷発生材料の中でも、フタロシアニン系染料が感度等の点で好ましく、特に π 型無金属フタロシアニン、X型無金属フタロシアニンおよび下記一般式 [III] で表わされるチタニルフタロシアニンが好ましい。



[式中、 R_{13} は水素、低級アルキル基、低級アルコキシ基、アリールオキシ基、ニトロ基、シアノ基、水酸基、ベンジルオキシ基、またはハロゲ

-29-

ン原子を表わし、 m は $1 \sim 4$ の数字を表わす。]

本発明の感光体に用いられる導電性基体としては、銅、アルミニウム、銀、鉄、ニッケル等の箔ないしは板をシート状またはドラム状にしたものが使用され、あるいはこれらの金属を、プラスチックフィルム等に真空蒸着、無電解メッキしたもの、あるいは導電性ポリマー、酸化インジウム、酸化錫等の導電性化合物の層を同じく紙あるいはプラスチックフィルムなどの支持体上に塗布もしくは蒸着によって設けられたものが用いられる。

また、本発明の感光体は結着樹脂とともに、ハロゲン下パラフィン、ポリ塩化ビフェニル、ジメチルナフタレン、ジブチルフタレート、 α -ターフェニルなどの可塑剤やクロラニル、テトラシアノエチレン、2,4,7-トリニトロフルオレノン、5,6-ジシアノベンゾキノ、テトラシアノキノジメタン、テトラクロル無水フタル酸、3,5-ジニトロ安息香酸等の電子吸引性増感剤、メチルバイオレット、ローダミンB、シアニン染料、ビリリウム塩、チアビリリウム塩等の増感剤を使

-30-

用してもよい。

本発明の感光体は導電性基体上に電荷発生層および電荷の送層をこの順に形成した組成のもの、あるいは導電性基体上に電荷の送層および電荷発生層をこの順に形成した組成のものいずれの組成であってもよい。

本発明の感光体においては、必要に応じて適宜接層層、中間層、表面保護層を有していても良い。

本発明感光体は、長波長域にも良好な感度を有するため、レーザープリンター用感光体にも適用することができる。

以下、実施例および比較例に基づいて本発明を説明する。

実施例 1

ϵ 型無金属フタロシアニン 1 重量部、ポリビニルブチラール樹脂(エスレック BM-2、和光化学社製) 1 重量部およびシクロヘキサノン 100 重量部をボールミルポットに入れて 24 時間分散し、感光塗液を得た。

これをアルミニウム基体上に塗布、乾燥し、厚

さ $0.3 \mu\text{m}$ の電荷発生層を形成させた。

この電荷発生層上に、前記ジステリル化合物 [32] 8 重量部、前記ブタジエン化合物 [48] 2 重量部、ポリカーボネート樹脂(バンライト K-1300; 帝人化成社製) 10 重量部をテトラヒドロフラン 180 重量部からなる溶媒中に溶解させた塗液を塗布、乾燥して厚さ $15 \mu\text{m}$ の電荷の送層を形成し、感光体を作製した。

こうして得られた感光体を市販の電子写真複写機(EP-50; ミノルタカメラ社製)を用い、 -6KV でコロナ帯電させ、初期電位 $V_0(V)$ 、初期電位を $1/2$ にするために要した露光量 $E_{1/2}(\mu\text{C}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec})$ 、1 秒間暗所に放置したときの初期電位の減衰率 $\text{DDR}_1(\%)$ を測定した。

実施例 2~4

実施例 1 と同様の方法で同一の組成のもの、但し実施例 1 で用いたジステリル化合物 [32] およびブタジエン化合物 [48] を表 1 に示す様にそれぞれ変化させた感光体を作製した。

-31-

表 1

	ジステリル化合物 [32] (重量部)	ブタジエン化合物 [48] (重量部)
実施例 2	9	1
実施例 3	7	3
実施例 4	6	4

こうして得られた感光体について、実施例 1 と同様の方法で V_0 、 $E_{1/2}$ 、 DDR_1 を測定した。

実施例 5

ϵ 型無金属フタロシアニン 1 重量部、ポリビニルブチラール樹脂(エスレック BX-1; 和光化学社製) 2 重量部およびテトラヒドロフラン 100 重量部をボールミルポットに入れて 24 時間分散し、感光塗液を得た。

これをアルミニウム基体上に塗布、乾燥し、厚さ $0.4 \mu\text{m}$ の電荷発生層を形成させた。

この電荷発生層上に前記ジステリル化合物 [4] を 8 重量部、前記ブタジエン化合物 [38] を 3 重量部、ポリカーボネート樹脂(バンライト L-

1250; 帝人化成社製) 10 重量部をテトラヒドロフラン 180 重量部の溶媒中に溶解させた塗液を塗布、乾燥して厚さ $15 \mu\text{m}$ の電荷の送層を形成し、感光体を作製した。

得られた感光体について、実施例 1 と同様の方法で V_0 、 $E_{1/2}$ 、 DDR_1 を測定した。

実施例 6

実施例 5 と同様の方法で同一の組成のもの、但し実施例 5 で用いたジステリル化合物 [4] のかわりにジステリル化合物 [10] を用いた感光体を作製した。

こうして得られた感光体について、実施例 1 と同様の方法で V_0 、 $E_{1/2}$ 、 DDR_1 を測定した。

比較例 1

実施例 1 において、ブタジエン化合物 [48] を添加せずジステリル化合物 [32] を 10 重量部用いた以外は実施例 1 と全く同様にして、感光体を作製した。

得られた感光体について、実施例 1 と同様の方法で V_0 、 $E_{1/2}$ 、 DDR_1 を測定した。

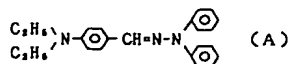
-33-

-34-

比較例 2

実施例 1 において、ブタジエン化合物 [48] のかわりに下記ヒドラゾン化合物 [A] を 2 重量部添加する以外は実施例 1 と全く同様にして、感光体を作製した。

得られた感光体について、実施例 1 と同様の方法で V_0 、 $E_{1/2}$ 、 DDR_1 を測定した。

実施例 7

前記一般式 [III] において R_{13} が水素、 m が 1 であるチタニルフタロシアニン 1 重量部、ポリエステル樹脂 (バイロン 200; 帝人化成社製) 1 重量部およびシクロヘキサノン 100 重量部をボールミルポットに入れて 24 時間分散し、感光塗液を得た。

これをアルミニウム基体上に塗布、乾燥し、厚さ $0.2 \mu\text{m}$ の電荷発生層を形成させた。

この電荷発生層上に前記ジスチリル化合物 [1

1)] 5 重量部、前記ブタジエン化合物 [46]

5 重量部、ポリカーボネート樹脂 (バンライト K-1300; 帝人化成社製) 10 重量部をテトラヒドロフラン 180 重量部からなる溶媒中に溶解させた塗液を塗布、乾燥して厚さ $15 \mu\text{m}$ の電荷輸送層を形成し、感光体を作製した。

こうして得られた感光体を市販の電子写真複写機 (EP-50; ミノルタカメラ社製) を用い、 -6KV でコロナ帯電させ、初期電位 $V_0(\text{V})$ 、初期電位を $1/2$ にするために要した露光量 $E_{1/2}(\text{lux} \cdot \text{sec})$ 、1 秒間暗所に放置した時の初期電位の減衰率 $DDR_1(\%)$ を測定した。

実施例 8

第 1 図に示した蒸着装置によって電荷発生層を形成した。

図中 (1) は真空槽、(2) 基板ホルダー、(3) は円筒基板、(4) はポート、(5) は排気ポンプ、(6) は電極、(7) はシャッター回転治具、(8) はシャッターを示す。

まず、一般式 [III] において R_{13} が水素、 m が 1

-35-

であるチタニルフタロシアニンを入れたポート (4) を電極 (6) に、アルミニウム円筒基板 (3) を基板ホルダー (2) にそれぞれ取り付け、真空槽 (1) 内を排気ポンプ (5) により $1 \times 10^{-4} \text{Torr}$ 以下に減圧した。次に電極 (6) を通じてポート (4) に電流を流し、ポート温度 $400 \sim 550^\circ\text{C}$ に加熱し、基板回転駆動装置 (9) により回転している基板 (3) 上にチタニルフタロシアニンを 5 分間蒸着し、膜厚 500\AA の電荷発生層を形成した。なお、基板 (3) 上への蒸着量はシャッター回転治具 (7) によりシャッター (8) を開閉すること等によって調節することができる。

次に、この電荷発生層上に前記ジスチリル化合物 [15] 6 重量部、ポリカーボネート樹脂 (PC-2; 三愛ガス化学社製) 10 重量部およびブタジエン化合物 [48] 4 重量部をテトラヒドロフラン 180 重量部からなる溶媒中に溶解させた塗液を塗布、乾燥して厚さ $15 \mu\text{m}$ の電荷輸送層を形成し、感光体を作製した。

得られた感光体について、実施例 7 と同様の方

-36-

法で V_0 、 $E_{1/2}$ 、 DDR_1 を測定した。

実施例 9

X 型無金属フタロシアニン 1 重量部、ポリエステル樹脂 (バイロン 200; 帝人化成社製) 1 重量部およびシクロヘキサノン 100 重量部をボールミルポットに入れて 24 時間分散し、感光塗液を得た。

これをアルミニウム基体上に塗布、乾燥し、厚さ $0.2 \mu\text{m}$ の電荷発生層を形成させた。

この電荷発生層上に前記ジスチリル化合物 [17] 7 重量部、ポリアリレート樹脂 (ユーポリマー U-100; ユニチカ社製) 10 重量部、ブタジエン化合物 [49] 3 重量部をテトラヒドロフラン 180 重量部からなる溶媒中に溶解させた塗液を塗布、乾燥して厚さ $15 \mu\text{m}$ の電荷輸送層を形成し、感光体を作製した。

こうして得られた感光体を市販のレーザービームプリンター (NC-1; ミノルタカメラ社製) を用い、 -6KV でコロナ帯電させ、初期電位 $V_0(\text{V})$ 、初期電位 $1/2$ にするために要した露光量 $E_{1/2}(\text{e})$

-37-

—646—

-38-

rg/cm²), 1 秒間暗所に放置した時の初期電位の減衰率 D D R₁(%)を測定した。

実施例 10

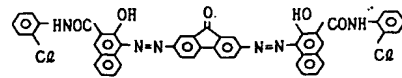
X 型無金属フタロシアニン 1 重量部、ポリスチレン樹脂(分子量 40000)2 重量部およびテトラヒドロフラン 100 重量部をボールミルポットに入れて 24 時間分散し、感光塗液を得た。これをアルミニウム基体上に塗布、乾燥し、厚さ 0.3 μm の電荷発生層を形成した。

次に、この電荷発生層上に前記ジステリル化合物 [20] 8 重量部、ポリカーボネート樹脂(PC-Z; 三菱ガス化学社製) 10 重量部およびブタジエン化合物 [52] 2 重量部をテトラヒドロフラン 180 重量部からなる溶媒中に溶解させた塗液を塗布、乾燥して厚さ 15 μm の電荷輸送層を形成し、感光体を作製した。

得られた感光体について、実施例 9 と同様の方法で V₀、E_{1/2}、D D R₁を測定した。

実施例 11

下記一般式で示されるアゾ系顔料 [B];



[B]

1 重量部、ポリエステル樹脂(バイロン 200; 東洋紡績社製) 1 重量部およびシクロヘキサノン 100 重量部をサンドグラインダーにて 24 時間分散し、感光塗液を得た。

これをアルミニウム基体上に塗布、乾燥し、厚さ 0.3 μm の電荷発生層を形成させた。

この電荷発生層上に前述のジステリル化合物 [33] を 9 重量部、ブタジエン化合物 [37] を 1 重量部、ポリカーボネート樹脂(ポリカーボネート Z; 三菱ガス化学社製) 10 重量部とテトラヒドロフラン 100 重量部からなる塗布液を塗布し、乾燥して厚さ 20 μm の電荷輸送層を形成し、感光体を作製した。

得られた感光体について、実施例 1 と同様の方法で V₀、E_{1/2}、D D R₁を測定した。

実施例 12 ~ 15

-39-

実施例 11 と同様の方法で同一構成のもの、但し、実施例 11 で用いたジステリル化合物 [33] の量と、ブタジエン化合物 [37] の量をそれぞれ表 2 の様に変化させた感光体を作製した。

表 2

	ジステリル化合物 [33] (重量部)	ブタジエン化合物 [37] (重量部)
実施例 12	7	3
実施例 13	5	5
実施例 14	3	7
実施例 15	1	9

比較例 3

実施例 11 において、ジステリル化合物 [33] 10 重量部のみを用いること以外は実施例 11 と全く同様に感光体を作製した。

比較例 4

実施例 11 において、ブタジエン化合物 [37] 10 重量部のみを用いること以外は実施例 11 と全く同様に感光体を作製した。

-41-

-40-

得られた感光体について、実施例 11 と全く同様に V₀、E_{1/2}、D D R₁を測定した。

評価

以上、得られた感光体に対し測定した V₀、E_{1/2}、D D R₁の結果を表 3 に示す。

(以下、余白)

-647-

-42-

表 3

	Vo(v)	E _{1/2} (lux·sec)	DDR ₁ (%)		
実施例 1	-670	0.9	2.2		
実施例 2	-660	0.8	2.5		
実施例 3	-670	0.9	2.3		
実施例 4	-680	1.0	1.9		
実施例 5	-680	0.8	1.8		
実施例 6	-660	0.7	2.4		
比較例 1	-640	2.1	2.7		
比較例 2	-670	1.2	2.3		
実施例 7	-660	0.6	2.2		
実施例 8	-660	0.7	2.3		
実施例 9	-670	4.0 (erg/cm ²)	2.0		
実施例 10	-680	3.8 (erg/cm ²)	1.8		
実施例 11	-650	0.9	2.5		
実施例 12	-660	1.0	2.6		
実施例 13	-660	1.0	2.2		
実施例 14	-660	1.3	2.5		
実施例 15	-670	1.4	2.2		
比較例 3	-650	1.9	2.3		
比較例 4	-660	2.2	2.1		

さらに、得られた感光体を複写機と同様の構成を有する感光体テスター(第2図)に取り付け、電子写真特性の測定を行なった。

すなわち、本発明に従い得られた感光体を感光体ドラム(10)に取り付け、帯電器(11)で約-500Vに帯電後、0.3秒後の感光体の初期表面電位(V_o'),帯電後ハロゲンランプよりの白色光(12)で露光した後の表面電位(V_i)および露光後光イレサ(14)で除電した後の残留電位(V_r)をプローブ(13)によりそれぞれ測定した。

評価方法としては、初期特性および電子写真プロセスを5000回行なった後の電子写真特性の測定を行い、繰り返し安定性を調べた。

結果を表4に示す。

(以下、余白)

-43-

表 4

	初期			5000回後		
	V _o '(V)	V _i (V)	V _r (V)	V _o '(V)	V _i (V)	V _r (V)
実施例1	-510	80	5	-470	70	5
実施例2	-510	75	5	-460	65	5
実施例3	-510	80	5	-480	75	5
実施例4	-510	85	5	-500	90	10
実施例5	-500	80	5	-490	75	5
実施例6	-510	75	5	-480	80	10
比較例1	-500	100	5	-350	50	15
比較例2	-510	90	15	-550	120	25
実施例7	-510	70	5	-480	60	5
実施例8	-510	75	5	-490	65	5
実施例9	-515	80	5	-490	70	5
実施例10	-510	75	5	-480	65	5
実施例11	-510	80	5	-460	65	5
実施例12	-515	85	5	-480	75	5
実施例13	-515	85	5	-500	85	5
実施例14	-510	90	10	-505	95	10
実施例15	-515	90	10	-510	105	15
比較例3	-500	100	5	-340	150	20
比較例4	-515	100	15	-545	125	30

-44-

発明の効果

本発明に従い、特定の組合せのブタジエン化合物[II]とジステリル化合物[I]を含有する電荷輸送層と電荷発生層からなる感光層を有する感光体とすることによって、より感度に優れ、帯電性および繰り返し特性をより保証した感光体を得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は蒸着装置の概略構成例を示す図である。

第2図は感光体テスターの概略構成例を示す図である。

図中の記号は以下の通りである。

- | | |
|-------------|-----------|
| 1 : 真空槽 | 3 : 円筒基板 |
| 4 : ポート | 8 : シャッター |
| 10 : 感光体ドラム | 11 : 帯電器 |
| 12 : 白色光 | 13 : プローブ |
| 14 : イレサ | |

特許出願人 ミノルタカメラ株式会社

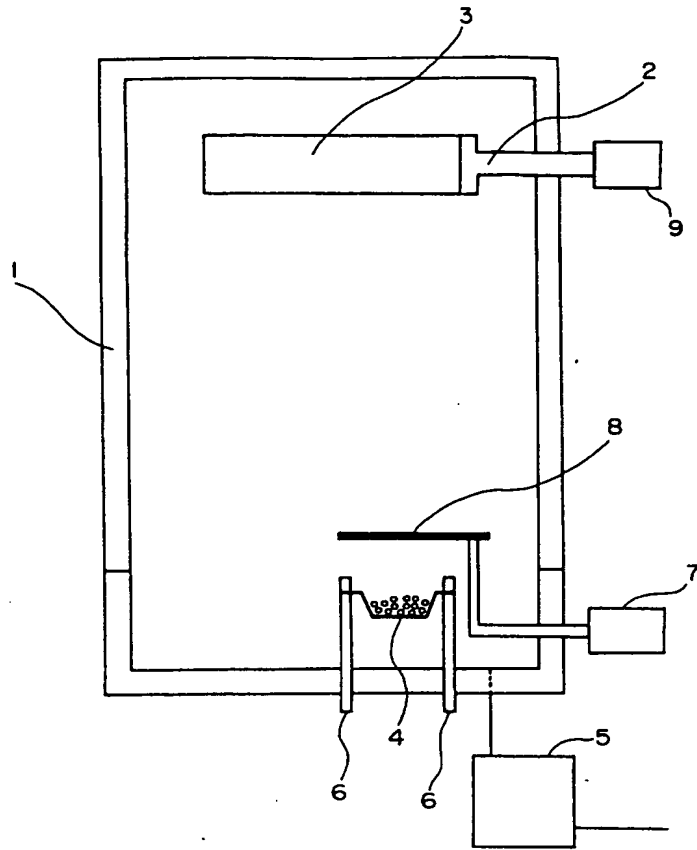
代理人 弁理士 青山 葆 ほか1名

-45-

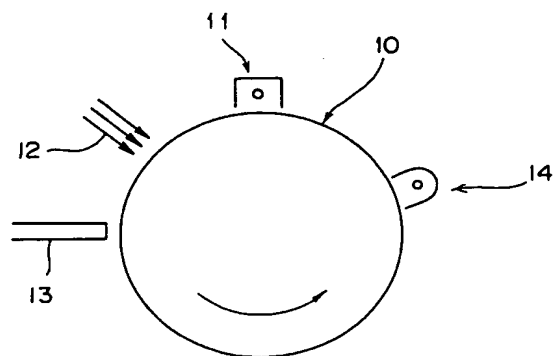
-648-

-46-

第 1 図



第 2 図



第1頁の続き

⑤Int. Cl.⁵

C 09 B 23/00

識別記号

3 1 3 K

庁内整理番号

7537-4H

⑦発明者 嶋田

有記

大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号 大阪国際ビル
ミノルタカメラ株式会社内